

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

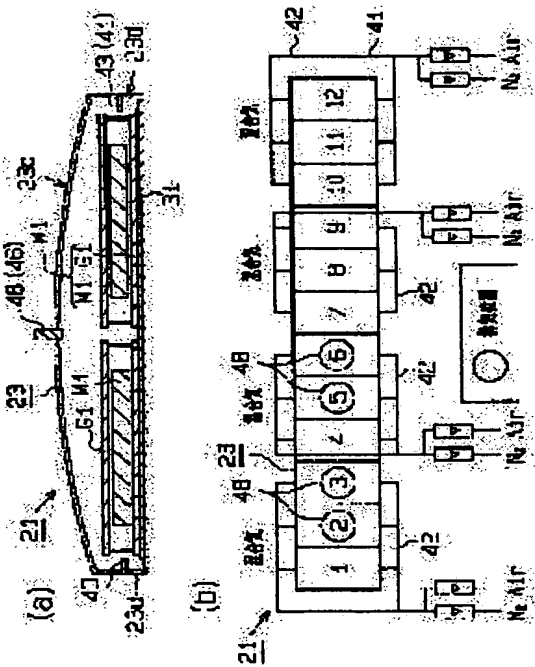
(11)Publication number : 2002-020173  
(43)Date of publication of application : 23.01.2002

1)Int.Cl. C04B 35/638  
B01D 39/20  
C04B 35/565

1)Application number : 2000-195870 (71)Applicant : IBIDEN CO LTD  
2)Date of filing : 29.06.2000 (72)Inventor : SAIJO TAKAMITSU  
KURIBAYASHI KOJI

4) METHOD FOR DEWAXING SILICON CARBIDE MOLDING AND METHOD FOR MANUFACTURING POROUS SILICON CARBIDE SINTERED COMPACT

7)Abstract:  
PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for dewaxing a silicon carbide molding, by which a porous silicon carbide sintered compact excellent in quality and strength can be finally obtained without deteriorating the productivity and causing failure to catch fire.  
SOLUTION: This dewaxing method comprises heating the silicon carbide molding M1 in the atmosphere of 1-20% oxygen concentration to the temperature at which the binder contained in the molding M1 can be decomposed.



LEGAL STATUS

Date of request for examination] 12.07.2004  
Date of sending the examiner's decision of rejection]  
Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]  
Date of final disposal for application]  
Patent number]  
Date of registration]  
Number of appeal against examiner's decision of rejection]  
Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

## NOTICES \*

pan Patent Office is not responsible for any  
 mages caused by the use of this translation.

This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.  
 \*\*\*\* shows the word which can not be translated.  
 n the drawings, any words are not translated.

---

 CLAIMS
 

---

claim(s)]

claim 1] The cleaning approach of the silicon carbide Plastic solid characterized by an oxygen density heating a silicon carbide Plastic solid to the temperature which the binder in said silicon carbide Plastic solid may decompose under 1% - % of ambient atmosphere.

claim 2] The cleaning approach of the silicon carbide Plastic solid characterized by an oxygen density heating a silicon carbide Plastic solid to the temperature which the binder in said silicon carbide Plastic solid may decompose under 5% - % of ambient atmosphere.

claim 3] The principal component of the inert gas in said ambient atmosphere is the cleaning approach of the silicon carbide Plastic solid according to claim 1 or 2 characterized by being nitrogen.

claim 4] The cleaning approach of a silicon carbide Plastic solid given in claim 1 characterized by heating said silicon carbide Plastic solid at 200 degrees C - 600 degrees C thru/or any 1 term of 3.

claim 5] Said silicon carbide Plastic solid is the cleaning approach of a silicon carbide Plastic solid given in claim 1 aracterized by having honeycomb structure thru/or any 1 term of 4.

claim 6] The manufacture approach of the porosity silicon carbide sintered compact which is the approach of manufacturing a porosity silicon carbide sintered compact by performing desiccation, cleaning, and baking in order after oricating a silicon carbide Plastic solid, and is characterized by performing said cleaning by the approach of claim 1 u/or either of 5.

claim 7] For 0.2% or less and disruptive strength, an actual carbon ratio is [ said porosity silicon carbide sintered mpact ] the manufacture approach of a porosity silicon carbide sintered compact according to claim 6 that it is aracterized by being 40 or more MPas and being the honeycomb filter with which the closure of the edge opening is rried out by turns.

---

ranslation done.]

## NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

\*\*\* shows the word which can not be translated.

In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[001]

[Field of the Invention] This invention relates to the cleaning approach of a silicon carbide Plastic solid, and the manufacture approach of a porosity silicon carbide sintered compact.

[002]

[Description of the Prior Art] The number of an automobile is increasing by leaps and bounds, and the increment of it together with the rapid amount of the exhaust gas taken out by the internal combustion engine of an automobile in proportion to it is being enhanced. Since the various matter contained in the exhaust gas which especially a diesel power unit takes out becomes the cause which causes contamination, in current, it is having effect serious for a world environment. Moreover, the research result that the particle in exhaust gas (diesel particulate) becomes the cause which sometimes causes reduction of an allergy failure or a sperm count is also reported by recently. That is, it is considered to be an urgent technical problem for human beings to take the cure which removes the particle in exhaust gas.

[003] The exhaust gas purge of various varieties is proposed from before under such circumstances. A common exhaust gas purge prepares casing in the way of the exhaust pipe connected with the engine exhaust manifold, and has a structure which has arranged the filter which has a detailed hole in it. There is a ceramic besides a metal or an alloy as a formation ingredient of a filter. The honeycomb filter made from cordierite is known as an example of a representation of the filter which consists of a ceramic.

[004] Here, the general method of manufacturing the honeycomb filter made from cordierite is introduced simply. First, the Plastic solid of the shape of pillar-shaped and a honeycomb is formed by extruding a ceramic raw material continuously through the metal mold of an extruding press machine. Next, the dispersion-medium liquid in a Plastic solid is mainly volatilized by carrying out hot air drying of this Plastic solid under an oxygen ambient atmosphere. Subsequently, after cutting said Plastic solid to predetermined die length, the end of the cut Plastic solid is obturated in the shape of a checker. Then, parts for organic [ , such as a binder in a Plastic solid, ] are mainly decomposed and removed by putting a Plastic solid into the cleaning furnace of a hot blast circuit system, and degreasing under an oxygen ambient atmosphere. In addition, degreasing leads to reduction of actual carbon. Thus, the degreased Plastic solid is calcinated in a firing furnace. A desired honeycomb filter is completed the above result.

[005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] By the way, recently, since there is an advantage, like the pressure loss which is high, and is chemically stable is small, the porosity silicon carbide which is a kind of a non-oxide ceramic may be used as a filter formation ingredient. [ of thermal resistance a mechanical strength and collection efficiency ]

[006] However, in manufacturing the honeycomb filter which consists of a porosity silicon carbide sintered compact, suitable cleaning conditions suited the situation which is hard to be referred to as still being found out. Moreover, even if applied simply the degreasing unit and the approach of the conventional oxide ceramic to cleaning of a silicon carbide Plastic solid, there was a possibility that the sintered compact which has a suitable mechanical strength might not be obtained, or the quality of a product might deteriorate with ignition of generating gas. In addition, there was also a request of wanting to degrease on the conditions on which productivity is not reduced as much as possible.

[007] This invention is made in view of the above-mentioned technical problem, and the purpose is in offering the cleaning approach of a silicon carbide Plastic solid that the porosity silicon carbide sintered compact which was finally excellent in quality and reinforcement can be obtained, without being accompanied by the fault of a fall and ignition of productivity.

[008] Moreover, another purpose of this invention is to offer the approach of manufacturing the porosity silicon carbide sintered compact excellent in quality and reinforcement, without being accompanied by the fault of the fall and

tion of productivity at the time of cleaning.

009]

[Means for Solving the Problem] As a result of an invention-in-this-application person's repeating research wholeheartedly in view of the above-mentioned technical problem, the knowledge that what was excellent in reinforcement was not obtained paying attention to the oxygen density in the ambient atmosphere at the time of cleaning, especially an ambient atmosphere even if this concentration is too low and it is too high was acquired. And based on this knowledge, an invention-in-this-application person develops it further, and, finally came to hit on an idea of the following invention.

010] That is, in order to solve the above-mentioned technical problem, let the cleaning approach of the silicon carbide plastic solid characterized by an oxygen density heating a silicon carbide Plastic solid to the temperature which the binder in said silicon carbide Plastic solid may decompose under 1% - 20% of ambient atmosphere be the summary in invention according to claim 1.

011] Let the cleaning approach of the silicon carbide Plastic solid characterized by an oxygen density heating a silicon carbide Plastic solid to the temperature which the binder in said silicon carbide Plastic solid may decompose under 5% - 10% of ambient atmosphere be the summary in invention according to claim 2.

012] In claims 1 or 2, the principal component of the inert gas in said ambient atmosphere presupposed that it is nitrogen. Invention according to claim 4 presupposed that said silicon carbide Plastic solid is heated at 200 degrees C - 600 degrees C in claim 1 thru/or any 1 term of 3.

013] In claim 1 thru/or any 1 term of 4, said silicon carbide Plastic solid presupposed invention according to claim 5 that it has honeycomb structure. In invention according to claim 6, by performing desiccation, cleaning, and baking in order, it is the approach of manufacturing a porosity silicon carbide sintered compact, and let the manufacture approach of the porosity silicon carbide sintered compact characterized by performing said cleaning by the approach of claim 1 thru/or either of 5 be the summary, after fabricating a silicon carbide Plastic solid.

014] In claim 6, as for invention according to claim 7, the actual carbon ratio presupposed that 0.2% or less and compressive strength are 40 or more MPas, and edge opening is said porosity silicon carbide sintered compact the honeycomb filter by which the closure is carried out by turns.

015] Hereafter, "an operation" of this invention is explained. According to invention according to claim 1 to 7, what is excellent in reinforcement can be obtained, without being accompanied by a fall and ignition of productivity.

016] If an oxygen density is lower than 1%, as a result of the decomposition reaction of a binder stopping being able to progress easily, actual carbon increases, the grain growth by baking is checked, and a fall on the strength is caused. In addition, in order to make a binder fully disassemble, long time amount is needed, and productivity falls. On the contrary, if an oxygen density is higher than 20%, while it is convenient, as a result of inflammable gas's occurring so much, gas will become easy to ignite from a viewpoint of fully disassembling a binder. Moreover, when the silicon carbide in a Plastic solid oxidizes, as a result of compounds other than silicon carbide arising, there is a possibility of using a fall on the strength.

017] In this case, it is more desirable like invention according to claim 2 to set up an oxygen density to 5% - 10%. Since nitrogen is mainly used as inert gas in an ambient atmosphere, while control of an oxygen density becomes easy according to invention according to claim 3, a compound which causes a fall on the strength becomes is hard to be generated.

018] According to invention according to claim 4, a binder can be certainly disassembled and removed by heating a silicon carbide Plastic solid at 200 degrees C - 600 degrees C, without being accompanied by the fall of productivity or worst nature.

019]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the manufacture approach of the honeycomb filter made from a ceramic of 1 operation gestalt which materialized this invention is explained to a detail based on drawing 1 - drawing 7.

020] First, the honeycomb filter 1 which has set in this operation gestalt and is manufactured is explained. Since this honeycomb filter 1 is what removes a diesel particulate, generally it is called a diesel particulate filter (DPF). This honeycomb filter 1 is the square pole-like, and that dimension is set as 33mmx33mmx167mm (refer to drawing 6).

021] These honeycomb filters 1 are products made from a porosity silicon carbide sintered compact which are kinds of a ceramic sintered compact. The reason for having adopted the silicon carbide sintered compact is that there is an advantage of especially excelling in a mechanical strength, thermal resistance, thermal conductivity, etc., as compared with other ceramics.

022] As shown in drawing 7, the honeycomb filter 1 is equipped with the honeycomb structure which consists of a lot of a large number prolonged in this direction. The reason for having adopted honeycomb structure is that there is an

vantage that pressure loss is small even when the amount of uptake of a particle increases. Two or more through tubes which make the shape of a cross-section abbreviation square are regularly formed in the honeycomb filter 1 along the section of an axis. Each through tube 12 is mutually divided with the thin cell wall 13. The oxidation catalyst which consists of platinum group metals (for example, Pt etc.), other metallic elements, its oxide, etc. is supported by the inside surface of a cell wall 13. The closure of the opening of each through tube 12 is carried out to the shape of a checker with the closure object 14 (here porosity silicon carbide sintered compact) at the end-faces [ one of ] a [ 9 ] and side. Therefore, if it sees as end-face 9a and the whole 9b, the shape of a checker is presented. Consequently, the cell a large number which carried out the shape of a cross-section square is formed in the honeycomb filter 1. The consistency of a cell is set up before and after 200 pieces/inch, the thickness of a cell wall 13 is set up before and after 0.3mm, and the cell pitch is set up before and after 1.8mm. In upstream end-face 9a, opening of the thing of an abbreviation moiety is carried out among a large number cells, and opening of the remaining things is carried out in downstream end-face 9b.

023] As for the average pore diameter of a honeycomb filter 1, it is desirable that they are 1 micrometer - 50 micrometers and 5 more micrometers - 20 micrometers. The blinding of the honeycomb filter 1 according that an average pore diameter is less than 1 micrometer to deposition of a particle becomes remarkable. On the other hand, since it becomes impossible to carry out uptake of the fine particle when an average pore diameter exceeds 50 micrometers, filtration capacity will decline.

024] As for the porosity of a honeycomb filter 1, it is desirable that they are 30% - 70% and 40 more% - 60%. A honeycomb filter 1 becomes it precise that porosity is less than 30% too much, and there is a possibility that it may come impossible to circulate exhaust gas inside. On the other hand, when porosity exceeds 70%, there is a possibility it may become weak in reinforcement and the collection efficiency of a particle may fall into a honeycomb filter 1 since an opening increases too much.

025] As for the actual carbon ratio of a honeycomb filter 1, it is desirable that it is 0.2% or less. The reason is that the ratio of an abundance ratio of the silicon carbide [ be / an actual carbon ratio / 0.2% or less ] in a sintered compact comes large, and disruptive strength improves. Moreover, as for the disruptive strength of a honeycomb filter 1, it is desirable that they are 40 or more MPas. The reason is hard coming to generate destruction in a honeycomb filter 1, even if the pressure of exhaust gas and the vibration at the time of transit join a honeycomb filter 1 as disruptive strength 40 or more MPas.

026] Next, the procedure of manufacturing the above-mentioned honeycomb filter 1 is explained. First, the paste for the closures used at the ceramic raw material slurry used at an extrusion-molding process and an end-face closure process is produced beforehand.

027] What blended dispersion-medium liquid, such as an organic binder and water, the predetermined daily dose every, and kneaded it to silicon carbide powder as a ceramic raw material slurry is used. What blended and kneaded an organic binder, lubricant, a plasticizer, and water to silicon carbide powder as a paste for the closures is used.

028] As an organic binder, methyl cellulose, a carboxymethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, a polyethylene glycol, phenol resin, an epoxy resin, etc. are mentioned, for example. As for the loadings of an organic binder, it is usually good that it is 1 weight section - 10 weight section extent to the silicon carbide powder 100 weight section.

029] As dispersion-medium liquid, alcohols, such as others [ water / above-mentioned ], for example, a methanol etc., and organic solvents, such as benzene, can be used. Next, said ceramic raw material slurry is supplied to an extruding press machine, and it is continuously extruded through metal mold. And silicon carbide Plastic solid M1 by which extrusion molding is carried out is dried under an oxygen ambient atmosphere using a microwave dryer or hot air drying equipment. Thereby, the dispersion-medium liquid in silicon carbide Plastic solid M1 is mainly volatilized. In this case, it is good to set drying temperature as 100 degrees C - 200 degrees C. Then, silicon carbide Plastic solid M1 which passed through the desiccation process is cut to equal die length, and silicon carbide Plastic solid M1 of the shape of the square pole which has honeycomb structure is acquired.

030] Furthermore, single-sided opening of each cell of silicon carbide Plastic solid M1 which passed through the forming cycle is filled up with the paste for the specified quantity [ every ] closures, and the both-ends sides 9a and 9b are closed in the shape of a checker. Here, in order to dry the paste for the closures, you may dry again.

031] Next, the organic binder in silicon carbide Plastic solid M1 is mainly disassembled and removed by degreasing silicon carbide Plastic solid M1 which passed through the desiccation process using the continuation cleaning furnace. In addition, the continuation cleaning furnace 21 and the cleaning approach using it are explained in full detail later.

032] Next, silicon carbide Plastic solid M1 which passed through the cleaning process is calcinated in the firing furnace maintained at inert gas ambient atmospheres, such as an argon. The desired honeycomb filter 1 is completed the above result. In this case, it is good to set burning temperature as 2000 degrees C - about 2200 degrees C, to set up firing

ie in 0.1 hours - 5 hours, and to set furnace internal pressure as ordinary pressure.

[33] Then, the configuration of the continuation cleaning furnace 21 used in this operation gestalt is explained based drawing 1 - drawing 5 . As shown in drawing 1 (b) etc., the muffle 23 which is tubular on the oblong body frame 22 which constitutes this continuation cleaning furnace 21, and becomes it from heat-resisting material is supported every 100mm. The inlet-port purge room 24 is formed near inlet-port section 23a of this muffle 23. The carrying-in section 25 is formed in the left-hand side in a preceding paragraph side, i.e., drawing 1 , rather than the inlet-port purge room 24. On the other hand, the outlet purge room 26 is formed near outlet section 23b of a muffle 23. The taking-out section 27 is formed in the right-hand side in a latter-part side, i.e., drawing 1 , rather than the outlet purge room 26.

[34] Inside the muffle 23, it is laid so that a part of conveyor belt 31 of the shape of the shape of endless and a mesh may be prolonged along with the longitudinal direction of a muffle 23. The conveyor mechanical component which consists of a motor 32 and two or more pulleys 33 is arranged in the back end side lower part of a muffle 23. Each pulley 33 is looped around the conveyor belt 31. A drive of a motor 32 moves a conveyor belt 31 toward right-hand side toward inlet-port section 23a to outlet section 23b from the left-hand side of drawing 1 . The conveyor belt 31 is in the condition of having exposed in the carrying-in section 25 and the taking-out section 27. Therefore, in the carrying-in section 25, a work piece W1 (silicon carbide Plastic solid M1 and fixture G1) can be horizontally laid on a conveyor belt 31. Moreover, in the taking-out section 27, a work piece W1 can be removed from on a conveyor belt 31. A conveyance means to convey silicon carbide Plastic solid M1 toward outlet section 23b with a conveyor belt 31, a motor 32, and a pulley 33 from inlet-port section 23a consists of these operation gestalten.

[35] In the muffle 23, the part except the back end section is surrounded with the square tubed heat insulator 34. The heater 35 as a heating means is installed in the interior of a heat insulator 34. Said heater 35 is for heating silicon carbide Plastic solid M1 which moves in the inside of a muffle 23 to the temperature which can be degreased. The cooling jacket 36 as a cooling means is arranged in the back end section of a muffle 23. A cooling jacket 36 is for cooling the heated work piece to ordinary temperature.

[36] As shown in drawing 1 (b), the part currently surrounded with the heat insulator 34 in the muffle 23 is equally divided to the field of 11 for convenience. Here, it is the 1st, the 2nd, and the 3rd to the order from the left-hand side of drawing 1 . -- It considers as the 11th field. With this operation gestalt, the temperature up zone Z1, and the 5th - the 11th field are assigned to the soak zone Z2, and the 11th field is assigned to the annealing zone Z3 for the 1st - the 4th field. In addition, in drawing 1 (b), the part with a cooling jacket 36 is shown as a cooling zone Z4.

[37] As shown in drawing 4 , the muffle 23 of this operation gestalt is presenting the flat cross-section configuration. Head-lining section 23c of a muffle 23 is formed in the shape of [ with small curvature ] radii. Since said radii are convexes toward the upper part, the part corresponding to right above [ of the center line of a conveyor belt 31 ] is the highest in head-lining section 23c. That is, the inside of head-lining section 23c is a nonaqueous flat surface.

[38] When a fixture G1 is placed on a conveyor belt 31, silicon carbide Plastic solid M1 is carried out every width on a fixture G1 in the perpendicular condition to a travelling direction (longitudinal direction of a conveyor belt 31). At this time, the both-ends side of silicon carbide Plastic solid M1 will be in the condition of having turned to 23d of the side attachment walls of a muffle 23. In addition, since the rib is prepared in the installation side of a fixture G1, a fixed clearance is secured between the field it has turned [ field ] to the bottom in silicon carbide Plastic solid M1, and said installation side.

[39] The cooling zone Z4 in the back end side of a muffle 23 is set up so that the cross section may become smaller than the heating zone (namely, the temperature up zone Z1, the soak zone Z2, and the annealing zone Z3) in a muffle 23. In other words, the back end side is carrying out the constriction of the muffle 23.

[40] Specifically, the cross section at the time of the work-piece injection of the heating zone in a muffle 23 has good 1mm thing preferably set or less [ 0.09m ] to two two or less. Moreover, the cross section at the time of work-piece unloading [ of the heating zone in a muffle 23 ] has good 0.07m thing preferably set or less [ 0.05m ] to two two or less. The reason is that it can make quick the rate of flow of the gas in a muffle 23 comparatively easily if the cross section of heating zone is small.

[41] The continuation cleaning furnace 21 of this operation gestalt is equipped with a gas installation means 41 to reduce the gas of hypoxia concentration in a muffle 23. The gas installation means 41 is constituted by the piping 42 connected to the gas source of supply which is not illustrated, and the nozzle 43 prepared at the tip of the piping 42. The nozzle 43 is arranged so that a right-and-left pair may be made in 23d of side attachment walls of both muffles 23. The gas (speaking concretely, at this operation gestalt, being the gaseous mixture of air (air) and nitrogen (N2)) of hypoxia concentration blows off from these nozzles 43 towards a longitudinal direction. As roughly shown by drawing 4 (b), at this operation gestalt, the nozzle 43 is installed in the 1st - all the 11th field.

[42] Here, the oxygen density in said gas is preferably good to be especially set up to 7% - 10% preferably 5% to

% 1% to 20%. It is because in addition to actual carbon increasing and causing a fall on the strength, as a result of the composition reaction of a binder stopping being able to progress easily long time amount will be needed and productivity will fall, in order to make a binder fully disassemble if an oxygen density is lower than 1%. On the contrary, when an oxygen density is higher than 20%, it is because gas becomes easy to ignite from a viewpoint of fully assembling a binder as a result of inflammable gas's occurring so much, while it is convenient. Moreover, it is because there is a possibility of causing a fall on the strength as a result of compounds other than silicon carbide arising, when the silicon carbide in silicon carbide Plastic solid M1 oxidizes.

[43] As for the inert gas which constitutes the gas of hypoxia concentration, it is desirable that it is mainly nitrogen. When nitrogen is used as inert gas, while control of an oxygen density becomes easy, it is because a compound which causes a fall on the strength becomes is hard to be generated.

[44] Moreover, the continuation cleaning furnace 21 of this operation gestalt is equipped with a gas discharge means to discharge the gas which occurred in said gas and furnace out of a muffle 23. The ejector 48 for discharging said gas compulsorily is formed in the edge of the piping 47 which constitutes the gas discharge means 46. With this operation gestalt, the ejector 48 is formed in a location which is plurality and is different.

[45] As shown in drawing 5 (a), the ejector 48 of this operation gestalt is equipped with nozzle section 48a arranged main-pipe section 48b connected to piping 47, and main-pipe section 48b, air installation tubing 48c which supplies nozzle section 48a ejector air. The ejector air supplied through air installation tubing 48c blows off from nozzle section 48a. Consequently, the flow of the air which goes to the upper part from the lower part of drawing 5 (a) is formed, and the gas by the side of a muffle 23 is attracted by this flow. On the other hand, the gas which flowed into the piping 47 side from the ejector 48 is emitted to atmospheric air, after being deodorized with the deodorization equipment which is not illustrated.

[46] As shown in drawing 5 (b), as for an ejector 48, it is desirable to have the heater 49. In this drawing, in order to avoid certainly adhesion of the tar T1 in main-pipe section 48b, the sheath heater 49 is twisted around the perimeter of main-pipe section 48b which constitutes an ejector 48. Therefore, when main-pipe section 48b is heated by such sheath heater 49, plugging of an ejector 48 is prevented and the fall of discharge capacity is prevented.

[47] 200 degrees C or more of things set as 250 degrees C or more of the heating temperature at said heater 49 are preferably good. It is because there is a possibility of tar T1 dewing and adhering to the internal surface of main-pipe section 48b when the temperature in main-pipe section 48b becomes lower than 200 degrees C. Moreover, in addition, it is good to supply the nozzle section 48a side, after forming the heater which is not illustrated on air installation tubing 48c and heating air at 300 degrees C - about 500 degrees C at the heater. In addition, in order to lessen the loss of heat, a heat insulator 50 is arranged in the perimeter of piping 47.

[48] As shown in drawing 5 (b), the ejector 48 is formed in the 2nd, 3rd, 5th, and 6th fields in a muffle 23. In other words, an ejector 48 is further formed also in two soak zones Z2 while it is formed in two temperature up zones Z1. That is, the ejector 48 is formed not only in the low-temperature field in a muffle 23 but in the elevated-temperature field.

[49] Then, the cleaning approach at the time of using the above-mentioned continuation cleaning furnace 21 is described. In a cleaning process, it is good to be heated by 200 degrees C - 600 degrees C according to the class of order which silicon carbide Plastic solid M1 needs to be heated by the temperature which a binder may decompose, and is used. When the heating temperature at this time is too low, it becomes impossible productivity not only to fall, but to be unable to disassemble a binder and to fully remove it. Therefore, it becomes impossible to reduce actual carbon and achievement of high-intensity-izing of a honeycomb filter 1 becomes difficult. On the contrary, if heating temperature is too high, the loss of heat energy will increase and cost nature will fall. Moreover, if a temperature up approach is carried out to an elevated temperature for a short time, it will lead to generating of a crack etc., and there is also a possibility of barring achievement of high-intensity-izing on the contrary. In consideration of the above situations, cleaning temperature is set as 450 degrees C  $\pm$  10 degrees C with this operation gestalt.

[50] In addition, the flash point of the methanol which is the principal component of generating gas is 385 degrees C, and if methanol concentration exceeds 6 % of the weight which is an explosion limit lower limit under the environment exceeding this temperature, a possibility that a methanol may explode in a muffle 23 will produce it. For this reason, with this operation gestalt, the methanol concentration in a muffle 23 is managed so that it may become a considerable low value from an explosion limit lower limit. Specifically, it has managed so that methanol concentration may not exceed 1.5 % of the weight.

[51] Moreover, as for the programming rate in a cleaning process, it is desirable to set a part for /-, and a part for /and degree-C temperature fall [ 10 degree-C ] rate as a part for part [ for 8 degrees-C/- ] and 13-degree-C/. As for the slower rate of silicon carbide Plastic solid M1, it is desirable to be set as a part for part [ for 45mm/- ] and 60mm/.



052] Especially the rate of flow of said gas which flows the heating zone in a muffle 23 is good to be set [ second ] up 1000mm /or more a second 750 moremm /or more a second 500mm /or more. The reason is that a gas stops being able to pile up within a muffle 23 easily by carrying out the law of the rate-of-flow value greatly. Therefore, before being cooled by contact to a muffle 23 and dewing, a gas can be made to discharge out of a muffle 23 certainly. In addition, at the continuation cleaning furnace 21 of this operation gestalt, the rate of flow is set up by adjusting the discharge capacity of an ejector 48.

053]

Working Example(s) and Comparative Example(s)] (Production of an example 1) Wet blending of 51.5 % of the weight of alpha mold silicon carbide powder and the 22 % of the weight of the beta mold silicon carbide powder was carried out, and into the obtained mixture, 6.5% of the weight, an organic binder (methyl cellulose) and water were added by a unit of 20% of the weight, and were kneaded, respectively. Next, raw silicon carbide Plastic solid M1 which has honeycomb structure was acquired by carrying out extrusion molding of small quantity, in addition the thing kneaded further for a plasticizer and lubricant to said kneading object continuously.

054] Next, the moisture in silicon carbide Plastic solid M1 was evaporated by drying silicon carbide Plastic solid M1 in the usual air (namely, under an oxygen ambient atmosphere). Here, after performing desiccation for 3 minutes at 100 degrees C using a microwave dryer first, specifically, desiccation for 20 minutes was performed at 110 degrees C using hot air drying equipment. Furthermore, after cutting dried silicon carbide Plastic solid M1, the through tube 12 of silicon carbide Plastic solid M1 was closed with the paste for the closures which consists of silicon carbide.

055] Then, it degreased by throwing into the continuation cleaning furnace 21 silicon carbide Plastic solid M1 which passed through the end-face closure process. At this time, the temperature at the time of cleaning (temperature in the heating zone Z2) was set as 450 degrees C \*\*10 degrees C, and the keeping time amount in the temperature region concerned was set up in about 70 minutes. Moreover, a programming rate and its duration were set up in part about 50 minutes for 9.5-degree-C/, and a temperature fall rate and its duration were set up in part about 29 minutes for 10.5-degree-C/. Moreover, while setting the bearer rate of silicon carbide Plastic solid M1 as a part for 55mm/, the rate of flow was set [ second ] up in 1068mm /. Moreover, the cross section at the time of the work-piece injection of the heating zone in a muffle 23 was set as 2 0.09m, and the cross section at the time of work-piece un-supplying was set as 0.049m. And the oxygen density in a muffle 23 was set up to 2% by changing the compounding ratio of gaseous mixture suitably.

056] After degreasing on the above conditions, silicon carbide Plastic solid M1 was taken out from the continuation cleaning furnace 21, and it was further set in the firing furnace. By this condition, baking of about 3 hours was performed at 2200 degrees C to the bottom of the argon ambient atmosphere of ordinary pressure. Consequently, the honeycomb filter 1 of an example 1 was obtained.

(Production of examples 2, 3, and 4 and the examples 1 and 2 of a comparison) After setting up the oxygen density in a muffle 23 to 5%, 10%, and 15%, respectively and performing said cleaning process by changing the compounding ratio of gaseous mixture suitably, said same baking process was performed. Consequently, the honeycomb filter 1 of examples 2, 3, and 4 was obtained, respectively.

057] Moreover, after setting up the oxygen density to 20.95% (namely, the same concentration as earth atmospheric oxygen) and performing a cleaning process, the honeycomb filter 1 of the example 1 of a comparison was obtained by performing a baking process. Furthermore, after setting up the oxygen density to 0.1% and performing a cleaning process, the honeycomb filter 1 of the example 2 of a comparison was obtained by performing a baking process. (The approach of an evaluation trial, and result) When the situation in the continuation cleaning furnace 21 was investigated at the time of cleaning, on the cleaning conditions of each example and the example 2 of a comparison, attention brought a result it is suggested that a possibility of ignition occurring and finally causing deterioration of quality is high saying by the cleaning conditions of the high example 1 of a comparison of an oxygen density to having not occurred.

058] Moreover, visual inspection by the naked eye of each silicon carbide Plastic solid M1 was conducted after the cleaning process. Consequently, about each example and the example 1 of a comparison, adhesion of tar T1 was not accepted but generating of a crack was also accepted by neither. On the other hand, about the example 2 of a comparison, adhesion of tar T1 was accepted a little, and needed to do the activity which removes it after cleaning.

059] Furthermore, when an actual carbon ratio (%) and disruptive strength (MPa) were conventionally measured by well-known technique after baking, it became a value as shown in the following table 1.

060]

Table 1]



	酸素濃度	不活性気体	引火の発生	タールの付着	残炭率	破壊強度
施例 1	2 %	窒素	無	無	1. 3 4 %	4 4. 2 Mpa
施例 2	5 %	窒素	無	無	0. 2 8 %	5 0. 8 Mpa
施例 3	1 0 %	窒素	無	無	0. 0 8 %	5 6. 3 Mpa
施例 4	1 5 %	窒素	無	無	0. 0 5 %	5 3. 4 Mpa
例 1	20.95%	窒素	有	無	0. 0 2 %	5 1. 1 Mpa
例 2	0.1%	窒素	無	有	1. 6 4 %	3 1. 2 Mpa

Therefore, according to said example of this operation gestalt, the following effectiveness can be acquired.

[61] (1) In performing shaping, desiccation, cleaning, and baking in order, and manufacturing a porosity silicon carbide sintered compact, in said each example, the oxygen density is heating silicon carbide Plastic solid M1 to the temperature which an organic binder may decompose under 1% - 20% of ambient atmosphere. Therefore, the burned product excellent in the cleaning article excellent in quality and reinforcement as a result quality, and reinforcement can be obtained, without being accompanied by the fall and ignition of productivity at the time of cleaning.

[62] In addition, 0.2% or less and disruptive strength are 40 or more MPas, and the actual carbon ratio of the burned product obtained in this case is the honeycomb filter 1 with which the closure of the edge opening was carried out by means. Therefore, it is suitable for the use in an elevated temperature [ pressure loss is small and ], and filtration capacity is not only high, but can obtain the honeycomb filter 1 equipped with many very suitable engine performance in which destruction by thermal stress moreover cannot take place easily.

[63] (2) In said each example, it is degreasing using the continuation cleaning furnace 21. For this reason, compared with the case where it degreases at the furnace of a batch type, it excels in productivity primarily.

[64] In said each example, nitrogen is mainly used as inert gas in an ambient atmosphere. For this reason, compared with the case where other inert gas is used, control of an oxygen density becomes easy. Therefore, generating of ignition which originates, for example in fluctuation of a rapid oxygen density etc. can be prevented certainly. Moreover, a compound which causes a fall on the strength becomes is hard to be generated. From the above thing, quality improvement and high-intensity-izing of a honeycomb filter 1 can be attained certainly.

[64] (4) In said each example, silicon carbide Plastic solid M1 is heated at 200 degrees C - 600 degrees C. Therefore, binder can be disassembled and removed certainly, without being accompanied by the fall of productivity or cost, and, finally high intensity-ization of a honeycomb filter 1 can be attained certainly.

[65] In addition, the operation gestalt of this invention may be changed as follows.

[66] You may degrease by laying silicon carbide Plastic solid M1 on a conveyor belt 31 as it is, without using a fixture G1.

[66] - Things other than nitrogen, for example, an argon etc., can also be used as inert gas which can be set at the time of cleaning.

The heater 49 of an ejector 48 may be omitted as long as it is unnecessary.

[67] - Two or more muffles 23 may be arranged in the continuation cleaning furnace 21 at juxtaposition.

The gas discharge means 46 may not use an ejector 48. That is, the gas discharge means 46 may not discharge a gas impulsorily.

[68] - In the operation gestalt, it was realized as the manufacture approach of the honeycomb filter 1 for exhaust gases that the manufacture approach of the porosity silicon carbide sintered compact of this invention is attached by a diesel power plant.

[69] Of course, shape is taken as the manufacture approach of the ceramic filter which is not a honeycomb-like, or can also be taken by the manufacture approach of the porosity silicon carbide sintered compact of this invention as the manufacture approach of things other than a filter (for example, member for heat exchangers etc.).

[70] Next, the technical thought grasped according to the operation gestalt mentioned above is enumerated below with the effectiveness besides the technical thought indicated by the claim.

[71] In claim 1 thru/or any one of the 5, said silicon carbide Plastic solid should be heated continuously, being conveyed a continuation cleaning furnace. Therefore, according to invention given in this technical thought 1, it should excel in productivity.

[71] (2) In the technical thought 1, be compulsorily discharged outside a furnace by the gas discharge means with which said continuation cleaning furnace is equipped while the gas of the hypoxia concentration which constitutes said ambient atmosphere is introduced in a furnace by the gas installation means with which said continuation cleaning furnace is equipped. Therefore, according to invention given in this technical thought 2, the rate-of-flow value can be set greatly comparatively easily.

[72] (3) In the technical thought 1 or 2, said programming rate is a part for part [ for 5 degrees-C/- ], and 10-degree-, and a temperature fall rate should be a part for part [ for 8 degrees-C/- ], and 13-degree-C/.

In the technical thought 1 thru/or any one of the, the bearer rate of said silicon carbide Plastic solid should be a part [ for 45mm/- ], and 60mm/.

073]

Effect of the Invention] The cleaning approach of a silicon carbide Plastic solid that the porosity silicon carbide sintered compact which was finally excellent in quality and reinforcement can be obtained can be offered without being accompanied by the fault of a fall and ignition of productivity according to invention according to claim 1 to 5, as explained in full detail above.

074] According to invention according to claim 3, quality improvement and high-intensity-izing of a porosity silicon carbide sintered compact can be attained certainly. According to invention according to claim 4, high intensity-ization a porosity silicon carbide sintered compact can be attained certainly, without being accompanied by the fall of productivity or cost nature.

075] According to invention given in claims 6 and 7, the approach of manufacturing the porosity silicon carbide sintered compact excellent in quality and reinforcement can be offered, without being accompanied by the fault of the fall and ignition of productivity at the time of cleaning.

---

translation done.]

## NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

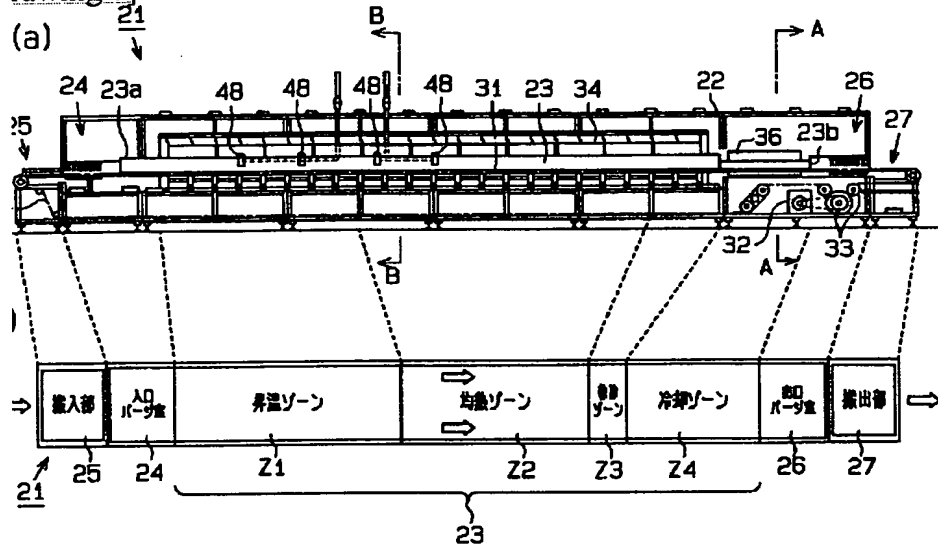
This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

\*\*\* shows the word which can not be translated.

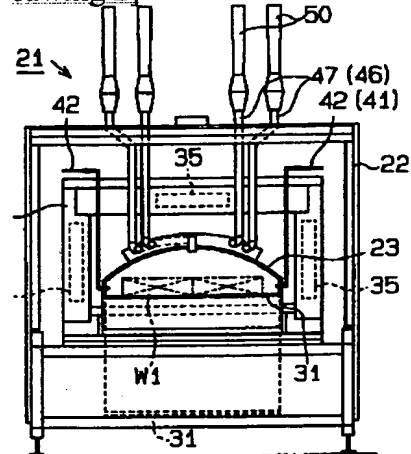
In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

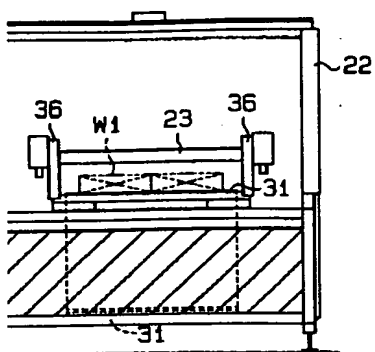
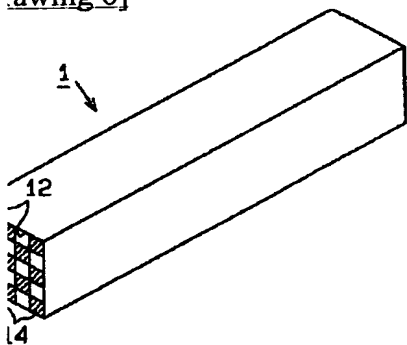
Drawing 1]



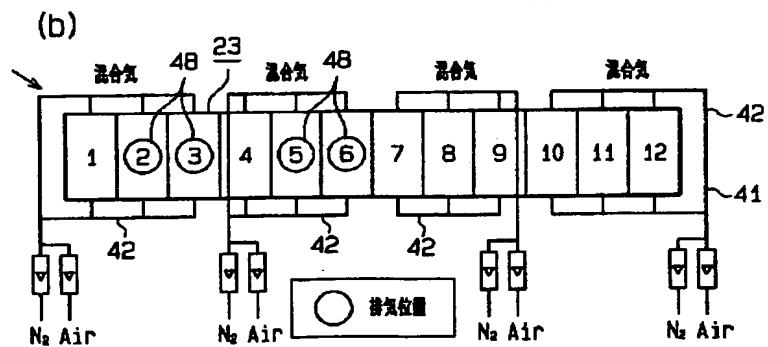
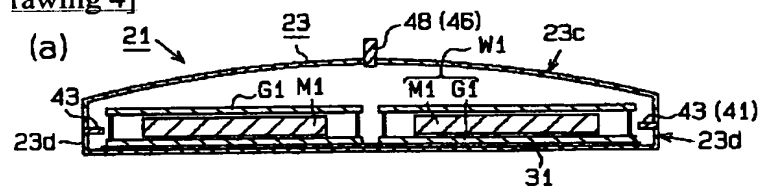
Drawing 2]



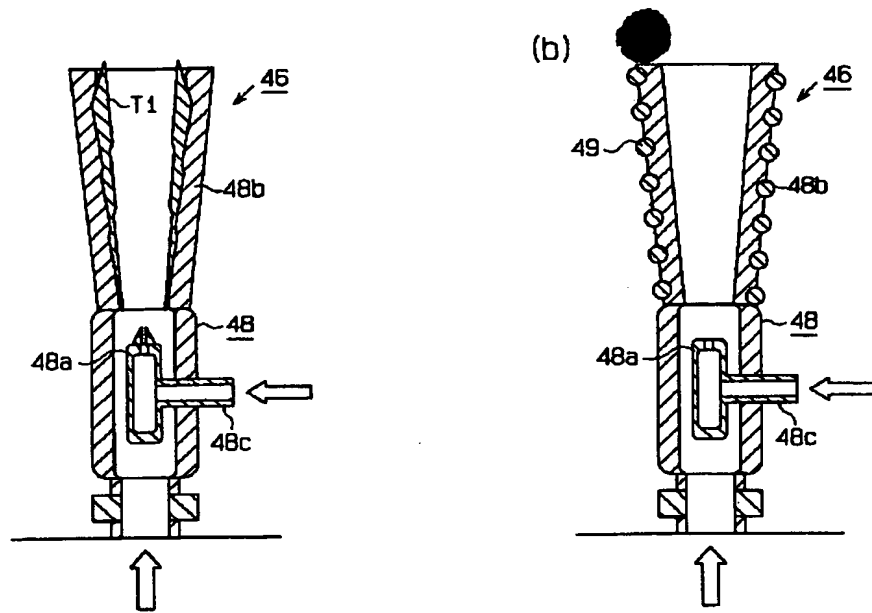
Drawing 3]

cawing 6]

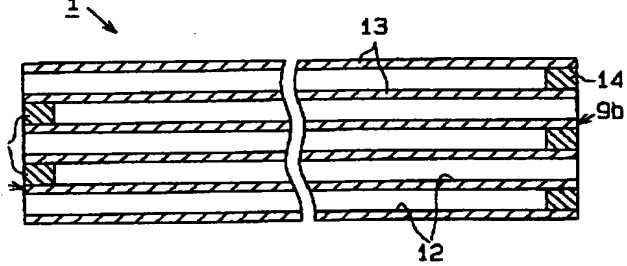
rawing 4]



Drawing 5]



rawing 7]



ranslation done.]

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-020173

(43)Date of publication of application : 23.01.2002

(51)Int.Cl.

**C04B 35/638**  
**B01D 39/20**  
**C04B 35/565**

(21)Application number : 2000-195870

(71)Applicant : IBIDEN CO LTD

(22)Date of filing : 29.06.2000

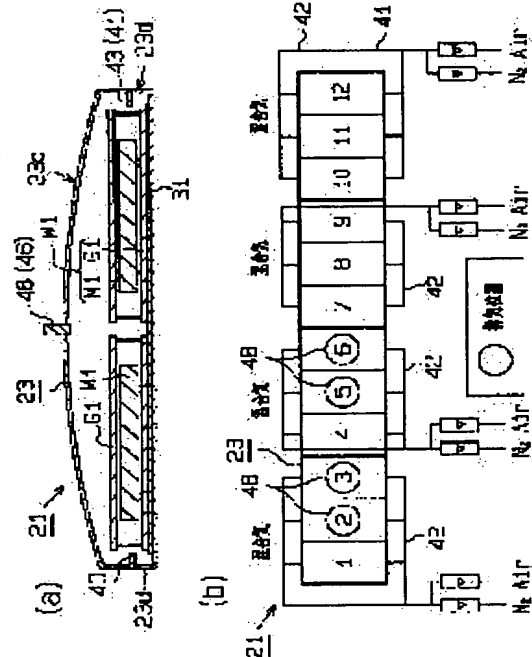
(72)Inventor : SAIJO TAKAMITSU  
KURIBAYASHI KOJI

**(54) METHOD FOR DEWAXING SILICON CARBIDE MOLDING AND METHOD FOR MANUFACTURING POROUS SILICON CARBIDE SINTERED COMPACT**

**(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for dewaxing a silicon carbide molding, by which a porous silicon carbide sintered compact excellent in quality and strength can be finally obtained without deteriorating the productivity and causing failure to catch fire.

**SOLUTION:** This dewaxing method comprises heating the silicon carbide molding M1 in the atmosphere of 1–20% oxygen concentration to the temperature at which the binder contained in the molding M1 can be decomposed.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-20173

(P2002-20173A)

(43) 公開日 平成14年1月23日 (2002.1.23)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テ-マ-コ-ト\* (参考)

C 0 4 B 35/638

B 0 1 D 39/20

D 4 D 0 1 9

B 0 1 D 39/20

C 0 4 B 35/64

3 0 1

4 G 0 0 1

C 0 4 B 35/565

35/56

1 0 1 N

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2000-195870 (P2000-195870)

(71) 出願人 000000158

イビデン株式会社

岐阜県大垣市神田町 2 丁目 1 番地

(22) 出願日 平成12年 6 月 29 日 (2000. 6. 29)

(72) 発明者 西城 貴満

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方 1 の 1 イビデ

ン 株式会社大垣北工場内

(72) 発明者 栗林 宏次

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方 1 の 1 イビデ

ン 株式会社大垣北工場内

(74) 代理人 100068755

弁理士 恩田 博宣 (外 1 名)

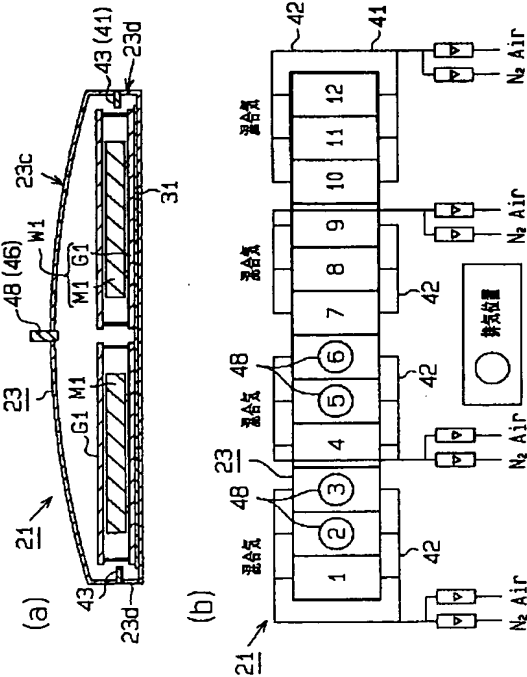
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炭化珪素成形体の脱脂方法、多孔質炭化珪素焼結体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 生産性の低下や引火といった不具合を伴うことなく、最終的に品質及び強度に優れた多孔質炭化珪素焼結体を得ることができる炭化珪素成形体の脱脂方法を提供すること。

【解決手段】 本発明の脱脂方法では、炭化珪素成形体 M 1 を、酸素濃度が 1 % ~ 2 0 % の雰囲気下にて、炭化珪素成形体 M 1 中のバインダが分解する温度に加熱する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】炭化珪素成形体を、酸素濃度が1%～20%の雰囲気下にて、前記炭化珪素成形体中のバインダが分解しうる温度に加熱することを特徴とする炭化珪素成形体の脱脂方法。

【請求項2】炭化珪素成形体を、酸素濃度が5%～10%の雰囲気下にて、前記炭化珪素成形体中のバインダが分解しうる温度に加熱することを特徴とする炭化珪素成形体の脱脂方法。

【請求項3】前記雰囲気における不活性気体の主成分は窒素であることを特徴とする請求項1または2に記載の炭化珪素成形体の脱脂方法。

【請求項4】前記炭化珪素成形体を200℃～600℃に加熱することを特徴とする請求項1乃至3のいずれか1項に記載の炭化珪素成形体の脱脂方法。

【請求項5】前記炭化珪素成形体はハニカム構造を有することを特徴とする請求項1乃至4のいずれか1項に記載の炭化珪素成形体の脱脂方法。

【請求項6】炭化珪素成形体を成形した後、乾燥、脱脂及び焼成を順に行うことにより多孔質炭化珪素焼結体を製造する方法であって、請求項1乃至5のいずれかの方法により前記脱脂を行うことを特徴とする多孔質炭化珪素焼結体の製造方法。

【請求項7】前記多孔質炭化珪素焼結体は、残炭率が0.2%以下かつ破壊強度が40MPa以上であって、端部開口が交互に封止されているハニカムフィルタであることを特徴とする請求項6に記載の多孔質炭化珪素焼結体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、炭化珪素成形体の脱脂方法、多孔質炭化珪素焼結体の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】自動車の台数は飛躍的に増加しており、それに比例して自動車の内燃機関から出される排気ガスの量も急激な増加の一途を辿っている。特にディーゼルエンジンの出す排気ガス中に含まれる種々の物質は、汚染を引き起こす原因となるため、現在では世界環境にとって深刻な影響を与えつつある。また、最近では排気ガス中の微粒子（ディーゼルバティキュレート）が、ときとしてアレルギー障害や精子数の減少を引き起こす原因となるとの研究結果も報告されている。つまり、排気ガス中の微粒子を除去する対策を講じることが、人類にとって急務の課題であると考えられている。

【0003】このような事情のもと、従来より、多様多種の排気ガス浄化装置が提案されている。一般的な排気ガス浄化装置は、エンジンの排気マニホールドに連結された排気管の途上にケーシングを設け、その中に微細な孔を有するフィルタを配置した構造を有している。フィ

ルタの形成材料としては、金属や合金のほか、セラミックがある。セラミックからなるフィルタの代表例としては、コーディエライト製のハニカムフィルタが知られている。

【0004】ここで、コーディエライト製のハニカムフィルタを製造する一般的な方法を簡単に紹介する。まず、押出成形機の金型を介してセラミック原料を連続的に押し出すことにより、柱状かつハニカム状の成形体を形成する。次に、この成形体を酸素雰囲気下にて熱風乾燥することにより、主として成形体中の分散媒液を揮発させる。次いで、前記成形体を所定長さに切断した後、切断された成形体のセルを市松模様状に封口する。この後、成形体を熱風循環式の脱脂炉に入れて酸素雰囲気下にて脱脂することにより、主として成形体中におけるバインダ等の有機分を分解・除去する。なお、脱脂を行うことは残炭量の低減につながる。このようにして脱脂された成形体を焼成炉において焼成する。以上の結果、所望のハニカムフィルタが完成する。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところで、最近では、耐熱性・機械的強度・捕集効率が高い、化学的に安定している、圧力損失が小さい等の利点があることから、非酸化物セラミックの一種である多孔質炭化珪素をフィルタ形成材料として用いる場合がある。

【0006】しかし、多孔質炭化珪素焼結体からなるハニカムフィルタを製造するにあたって好適な脱脂条件は、いまだ見出されているとは言い難い状況にあった。また、従来の酸化物セラミックの脱脂装置・方法を炭化珪素成形体の脱脂に単純に適用したとしても、好適な機械的強度を有する焼結体を得られなかったり、発生ガスの引火によって製品の品質が低下したりするおそれがあった。加えて、生産性を極力低下させない条件で脱脂を行いたいという要請もあった。

【0007】本発明は上記の課題に鑑みてなされたものであり、その目的は、生産性の低下や引火といった不具合を伴うことなく、最終的に品質及び強度に優れた多孔質炭化珪素焼結体を得ることができる炭化珪素成形体の脱脂方法を提供することにある。

【0008】また、本発明の別の目的は、脱脂時における生産性の低下や引火といった不具合を伴うことなく、品質及び強度に優れた多孔質炭化珪素焼結体を製造する方法を提供することにある。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】上記課題に鑑みて本願発明者が鋭意研究を重ねた結果、脱脂時における雰囲気、特に雰囲気中の酸素濃度に着目し、この濃度が低すぎても高すぎても強度的に優れたものが得られないという知見を得た。そして、本願発明者はかかる知見に基づき、さらにそれを発展させ、最終的に下記の発明を想到するに至ったのである。

【0010】即ち、上記の課題を解決するために、請求項1に記載の発明では、炭化珪素成形体を、酸素濃度が1%～20%の雰囲気下にて、前記炭化珪素成形体中のバインダが分解しうる温度に加熱することを特徴とする炭化珪素成形体の脱脂方法をその要旨とする。

【0011】請求項2に記載の発明では、炭化珪素成形体を、酸素濃度が5%～10%の雰囲気下にて、前記炭化珪素成形体中のバインダが分解しうる温度に加熱することを特徴とする炭化珪素成形体の脱脂方法をその要旨とする。

【0012】請求項3に記載の発明は、請求項1または2において、前記雰囲気における不活性気体の主成分は窒素であるとした。請求項4に記載の発明は、請求項1乃至3のいずれか1項において、前記炭化珪素成形体を200℃～600℃に加熱するとした。

【0013】請求項5に記載の発明は、請求項1乃至4のいずれか1項において、前記炭化珪素成形体はハニカム構造を有するとした。請求項6に記載の発明では、炭化珪素成形体を成形した後、乾燥、脱脂及び焼成を順に行うことにより多孔質炭化珪素焼結体を製造する方法であって、請求項1乃至5のいずれかの方法により前記脱脂を行うことを特徴とする多孔質炭化珪素焼結体の製造方法をその要旨とする。

【0014】請求項7に記載の発明は、請求項6において、前記多孔質炭化珪素焼結体は、残炭率が0.2%以下かつ破壊強度が40MPa以上であって、端部開口が交互に封止されているハニカムフィルタであるとした。

【0015】以下、本発明の「作用」について説明する。請求項1～7に記載の発明によると、生産性の低下や引火を伴うことなく、強度的に優れたものを得ることができる。

【0016】酸素濃度が1%よりも低いと、バインダの分解反応が進みにくくなる結果、残炭量が多くなって焼成での粒成長を阻害し、強度低下を来す。これに加え、バインダを十分に分解させるために長い時間が必要となり、生産性が低下する。逆に、酸素濃度が20%よりも高いと、バインダを十分に分解するという観点からは好都合である反面、引火性のガスが多量に発生する結果、ガスが引火しやすくなる。また、成形体中の炭化珪素が酸化することにより、炭化珪素以外の化合物が生じる結果、強度低下を来してしまうおそれがある。

【0017】この場合、請求項2に記載の発明のごとく、酸素濃度を5%～10%に設定することがより好ましい。請求項3に記載の発明によると、雰囲気における不活性気体として主に窒素を用いているため、酸素濃度のコントロールが容易になるとともに、強度低下の原因となるような化合物が生成されにくくなる。

【0018】請求項4に記載の発明によると、炭化珪素成形体を200℃～600℃に加熱することにより、生産性やコスト性の低下を伴うことなくバインダを確実に

分解・除去することができる。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明を具体化した一実施形態のセラミック製ハニカムフィルタの製造方法を図1～図7に基づき詳細に説明する。

【0020】まず、本実施形態において製造されるハニカムフィルタ1について説明する。このハニカムフィルタ1は、ディーゼルパティキュレート除去するものであるため、一般にディーゼルパティキュレートフィルタ(DPF)と呼ばれる。このハニカムフィルタ1は四角柱状であって、その外形寸法は33mm×33mm×167mmに設定されている(図6参照)。

【0021】これらのハニカムフィルタ1は、セラミック焼結体の一種である多孔質炭化珪素焼結体製である。炭化珪素焼結体を採用した理由は、他のセラミックと比較して、とりわけ機械的強度、耐熱性及び熱伝導性等に優れるという利点があるからである。

【0022】図7に示されるように、ハニカムフィルタ1は同方向に延びる多数のセルからなるハニカム構造を備えている。ハニカム構造を採用した理由は、微粒子の捕集量が増加したときでも圧力損失が小さいという利点があるからである。ハニカムフィルタ1には、断面略正方形をなす複数の貫通孔12がその軸線方向に沿って規則的に形成されている。各貫通孔12は薄いセル壁13によって互いに仕切られている。セル壁13の外表面には、白金族元素(例えばPt等)やその他の金属元素及びその酸化物等からなる酸化触媒が担持されている。各貫通孔12の開口部は、いずれか一方の端面9a、9bの側において封止体14(ここでは多孔質炭化珪素焼結体)により市松模様状に封止されている。従って、端面9a、9b全体としてみると市松模様状を呈している。その結果、ハニカムフィルタ1には、断面四角形状をした多数のセルが形成されている。セルの密度は200個/インチ前後に設定され、セル壁13の厚さは0.3mm前後に設定され、セルピッチは1.8mm前後に設定されている。多数あるセルのうち、約半数のものは上流側端面9aにおいて開口し、残りのものは下流側端面9bにおいて開口している。

【0023】ハニカムフィルタ1の平均気孔径は1μm～50μm、さらには5μm～20μmであることが好ましい。平均気孔径が1μm未満であると、微粒子の堆積によるハニカムフィルタ1の目詰まりが著しくなる。一方、平均気孔径が50μmを越えると、細かい微粒子を捕集することができなくなるため、汙過能力が低下してしまう。

【0024】ハニカムフィルタ1の気孔率は30%～70%、さらには40%～60%であることが好ましい。気孔率が30%未満であると、ハニカムフィルタ1が緻密になりすぎてしまい、内部に排気ガスを流通させることができなくなるおそれがある。一方、気孔率が70%

を越えると、ハニカムフィルタ1中に空隙が多くなりすぎてしまうため、強度的に弱くなりかつ微粒子の捕集効率が低下してしまうおそれがある。

【0025】ハニカムフィルタ1の残炭率は0.2%以下であることが好ましい。その理由は、残炭率が0.2%以下であると、焼結体中における炭化珪素の存在比率が大きくなり、破壊強度が向上するからである。また、ハニカムフィルタ1の破壊強度は40MPa以上であることが好ましい。その理由は、破壊強度が40MPa以上であると、排気ガスの圧力や走行時の振動がハニカムフィルタ1に加わったとしても、ハニカムフィルタ1に破壊が生じにくくなるからである。

【0026】次に、上記のハニカムフィルタ1を製造する手順を説明する。まず、押出成形工程で使用するセラミック原料スラリー、端面封止工程で使用する封止用ペーストをあらかじめ作製しておく。

【0027】セラミック原料スラリーとしては、炭化珪素粉末に有機バインダ及び水等の分散媒液を所定分量ずつ配合し、かつ混練したものを用いる。封止用ペーストとしては、炭化珪素粉末に有機バインダ、潤滑剤、可塑剤及び水を配合し、かつ混練したものを用いる。

【0028】有機バインダとしては、例えばメチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリエチレングリコール、フェノール樹脂、エポキシ樹脂等が挙げられる。有機バインダの配合量は、通常、炭化珪素粉末100重量部に対して、1重量部～10重量部程度であることがよい。

【0029】分散媒液としては、上記した水の他、例えばメタノール等のアルコール類や、ベンゼン等の有機溶媒を用いることができる。次に、前記セラミック原料スラリーを押出成形機に投入し、かつ金型を介してそれを連続的に押し出す。そして、押出成形されてくる炭化珪素成形体M1を、マイクロ波乾燥機や熱風乾燥機を用いて酸素雰囲気下で乾燥する。これにより、主として炭化珪素成形体M1中の分散媒液を揮発させる。この場合、乾燥温度を100℃～200℃に設定することがよい。その後、乾燥工程を経た炭化珪素成形体M1を等しい長さで切断し、ハニカム構造を有する四角柱状の炭化珪素成形体M1を得る。

【0030】さらに、成形工程を経た炭化珪素成形体M1の各セルの片側開口に所定量ずつ封止用ペーストを充填し、両端面9a、9bを市松模様状に封止する。ここで、封止用ペーストを乾燥させるために再度乾燥を行ってもよい。

【0031】次に、乾燥工程を経た炭化珪素成形体M1を連続脱脂炉21を用いて脱脂することにより、主として炭化珪素成形体M1中における有機バインダを分解・除去する。なお、連続脱脂炉21及びそれを用いた脱脂方法については後で詳述する。

【0032】次に、脱脂工程を経た炭化珪素成形体M1

を、アルゴン等の不活性ガス雰囲気中に保たれた焼成炉において焼成する。以上の結果、所望のハニカムフィルタ1が完成するようになっている。この場合、焼成温度を2000℃～2200℃程度に設定し、焼成時間を0.1時間～5時間に設定し、炉内圧力を常圧に設定することがよい。

【0033】続いて、本実施形態において使用される連続脱脂炉21の構成を図1～図5に基づいて説明する。図1(b)に等々に示されるように、この連続脱脂炉21を構成する横長の本体フレーム22には、管状であって耐熱材料からなるマッフル23が横置きに支持されている。このマッフル23の入口部23a付近には入口パージ室24が設けられている。入口パージ室24よりも前段側、即ち図1における左側には、搬入部25が設けられている。一方、マッフル23の出口部23b付近には出口パージ室26が設けられている。出口パージ室26よりも後段側、即ち図1における右側には、搬出部27が設けられている。

【0034】マッフル23の内部には、無端状かつメッシュ状のコンベアベルト31の一部がマッフル23の長手方向に沿って延びるように敷設されている。マッフル23の後端側下方には、モータ32及び複数のプーリ33からなるコンベア駆動部が配設されている。コンベアベルト31は各プーリ33に巻装されている。モータ32を駆動すると、コンベアベルト31は入口部23aから出口部23bに向かって、即ち図1の左側から右側に向かって移動するようになっている。コンベアベルト31は搬入部25及び搬出部27において露出した状態となっている。従って、搬入部25においてコンベアベルト31上にワークW1(炭化珪素成形体M1及び治具G1)を水平に載置することができる。また、搬出部27においてコンベアベルト31上からワークW1を除くことができる。本実施形態では、コンベアベルト31、モータ32及びプーリ33により、炭化珪素成形体M1を入口部23aから出口部23bに向かって搬送する搬送手段が構成されている。

【0035】マッフル23において後端部を除く箇所は、四角筒状の断熱材34によって包囲されている。断熱材34の内部には加熱手段としてのヒータ35が設置されている。前記ヒータ35は、マッフル23内を移動する炭化珪素成形体M1を脱脂可能温度に加熱するためのものである。マッフル23の後端部には、冷却手段としての冷却ジャケット36が配設されている。冷却ジャケット36は、加熱されたワークを常温まで冷却するためのものである。

【0036】図1(b)に示されるように、マッフル23において断熱材34により包囲されている部分は、便宜上、11の領域に等分されている。ここでは、同図の左側から順に、第1、第2、第3…第11の領域とする。本実施形態では、第1～第4の領域が昇温ゾーンZ

1、第5～第10の領域が均熱ゾーンZ2、第11の領域が徐冷ゾーンZ3に割り当てられている。なお、図1(b)においては、冷却ジャケット36がある箇所は冷却ゾーンZ4として示されている。

【0037】図4に示されるように、本実施形態のマッフル23は偏平な断面形状を呈している。マッフル23の天井部23cは曲率の小さな円弧状に形成されている。前記円弧は上方に向かって凸になっているため、コンベアベルト31の中心線の直上に対応する部分が天井部23cにおいて最も高くなっている。つまり、天井部23cの内面は非水平面となっている。

【0038】コンベアベルト31上に治具G1を置いた場合、炭化珪素成形体M1は進行方向(コンベアベルト31の長手方向)に対して垂直な状態でその治具G1上に横置きされる。このとき、炭化珪素成形体M1の両端面はマッフル23の側壁23dのほうを向いた状態となる。なお、治具G1の載置面にはリブが設けられているため、炭化珪素成形体M1において下側を向いている面と前記載置面との間には、一定の隙間が確保される。

【0039】マッフル23の後端側にある冷却ゾーンZ4は、マッフル23における加熱ゾーン(即ち昇温ゾーンZ1、均熱ゾーンZ2及び徐冷ゾーンZ3)よりも断面積が小さくなるように設定されている。言い換えると、マッフル23は後端側が狭窄している。

【0040】具体的には、マッフル23における加熱ゾーンのワーク投入時の断面積は、 $0.1\text{ m}^2$ 以下、好ましくは $0.09\text{ m}^2$ 以下に設定されることがよい。また、マッフル23における加熱ゾーンのワーク非投入時の断面積は、 $0.07\text{ m}^2$ 以下、好ましくは $0.05\text{ m}^2$ 以下に設定されることがよい。その理由は、加熱ゾーンの断面積が小さいと、マッフル23内における気体の流速を比較的容易に速くすることができるからである。

【0041】本実施形態の連続脱脂炉21は、マッフル23内に低酸素濃度の気体を導入する気体導入手段41を備えている。気体導入手段41は、図示しない気体供給源に接続された配管42と、その配管42の先端に設けられたノズル43とによって構成されている。ノズル43はマッフル23の両方の側壁23dにおいて左右対をなすように配置されている。これらのノズル43からは、低酸素濃度の気体(具体的にいうと本実施形態ではエア(空気)と窒素( $\text{N}_2$ )との混合気)が横方向に向けて噴出されるようになっている。図4(b)にて概略的に示されるように、本実施形態ではノズル43が第1～第11の領域の全てにおいて設置されている。

【0042】ここで、前記気体における酸素濃度は1%～20%、好ましくは5%～10%、特に好ましくは7%～10%に設定されていることがよい。酸素濃度が1%よりも低いと、バインダの分解反応が進みにくくなる結果、残炭量が多くなって強度低下を来すことに加え、バインダを十分に分解させるためには長い時間が必要と

なり生産性が低下するからである。逆に、酸素濃度が20%よりも高いと、バインダを十分に分解するという観点からは好都合である反面、引火性のガスが多量に発生する結果、ガスが引火しやすくなるからである。また、炭化珪素成形体M1中の炭化珪素が酸化することにより、炭化珪素以外の化合物が生じる結果、強度低下を来してしまうおそれがあるからである。

【0043】低酸素濃度の気体を構成している不活性気体は、主として窒素であることが好ましい。不活性気体として窒素を用いた場合、酸素濃度のコントロールが容易になるとともに、強度低下の原因となるような化合物が生成されにくくなるからである。

【0044】また、本実施形態の連続脱脂炉21は、前記気体や炉内において発生したガスをマッフル23外へ排出する気体排出手段46を備えている。気体排出手段46を構成する配管47の端部には、前記気体を強制的に排出するためのエジェクタ48が設けられている。本実施形態では、エジェクタ48は複数個であって異なる位置に設けられている。

【0045】図5(a)に示されるように、本実施形態のエジェクタ48は、配管47に接続される主管部48b、主管部48b内に配置されたノズル部48a、そのノズル部48aエジェクタエアを供給するエア導入管48c等を備えている。エア導入管48cを経て供給されてくるエジェクタエアは、ノズル部48aから噴出される。その結果、図5(a)の下方から上方に向かうエアの流れが形成され、この流れによってマッフル23側の気体が吸引されるようになっている。一方、エジェクタ48から配管47側に流入した気体は、図示しない脱臭装置にて脱臭された後、大気に放出される。

【0046】図5(b)に示されるように、エジェクタ48はヒータ49を備えていることが好ましい。この図においては、主管部48bにおけるタールT1の付着を確実に回避するため、エジェクタ48を構成する主管部48bの周囲にシーズヒータ49が巻き付けられている。従って、このようなシーズヒータ49により主管部48bが加熱されることにより、エジェクタ48の詰まりが未然に防がれ、排出能力の低下が防止される。

【0047】前記ヒータ49による加熱温度は、 $200^\circ\text{C}$ 以上、好ましくは $250^\circ\text{C}$ 以上に設定されることがよい。主管部48b内の温度が $200^\circ\text{C}$ よりも低くなると、タールT1が結露して主管部48bの内壁面に付着するおそれがあるからである。また、エア導入管48c上に図示しないヒータを設け、そのヒータによりエアを $300^\circ\text{C}$ ～ $500^\circ\text{C}$ 程度に加熱したうえでノズル部48a側に供給することがなおよい。加えて、配管47の周囲には熱のロスを少なくするために断熱材50が配設されている。

【0048】図5(b)に示されるように、エジェクタ48は、マッフル23における第2、第3、第5及び第

6の領域に設けられている。言い換えると、エジェクタ48は昇温ゾーンZ1に2個設けられるとともに、さらに均熱ゾーンZ2にも2個設けられている。即ち、エジェクタ48はマッフル23における低温領域のみならず、高温領域にも設けられている。

【0049】続いて、上記の連続脱脂炉21を用いた場合の脱脂方法について述べる。脱脂工程において、炭化珪素成形体M1はバインダが分解する温度に加熱される必要があり、使用しているバインダの種類に応じて200℃～600℃に加熱されることがよい。このときの加熱温度が低すぎると、生産性が低下するばかりでなく、バインダを十分に分解・除去することができなくなる。よって、残炭量を低減することができなくなり、ハニカムフィルタ1の高強度化の達成が困難になる。逆に、加熱温度が高すぎると、熱エネルギーのロスが増え、コスト性が低下する。また、高温に短時間で昇温させようとするとクラック等の発生につながり、かえって高強度化の達成を妨げてしまうおそれもある。以上のような事情を考慮して、本実施形態では脱脂温度が450℃±10℃に設定されている。

【0050】なお、発生ガスの主成分であるメタノールの引火点は385℃であり、この温度を超える環境下でメタノール濃度が爆発限界下限値である6重量%を超えると、マッフル23内においてメタノールが爆発するおそれが生じてくる。このため、本実施形態では、爆発限界下限値よりも相当低い値となるように、マッフル23内のメタノール濃度を管理している。具体的には、メタノール濃度が1.5重量%を超えないように管理している。

【0051】また、脱脂工程における昇温速度は5℃/分～10℃/分、降温速度は8℃/分～13℃/分に設定されることが望ましい。炭化珪素成形体M1の搬送速度は45mm/分～60mm/分に設定されることが望ましい。

【0052】マッフル23における加熱ゾーンを流れる前記気体の流速は、500mm/秒以上、さらには750mm/秒以上、特には1000mm/秒以上に設定されることがよい。その理由は、流速値を大きく定することにより、気体がマッフル23内にて滞留しにくくなるからである。従って、マッフル23との接触により冷やされて結露する前に、気体を確実にマッフル23外に排出させることができる。なお、本実施形態の連続脱脂炉21では、エジェクタ48の排出能力を調整することにより、流速の設定を行っている。

【0053】

【実施例及び比較例】（実施例1の作製）α型炭化珪素粉末51.5重量%とβ型炭化珪素粉末22重量%とを湿式混合し、得られた混合物に有機バインダ（メチルセルロース）と水とをそれぞれ6.5重量%、20重量%ずつ加えて混練した。次に、前記混練物に可塑剤と潤滑

剤とを少量加えてさらに混練したものを連続的に押出成形することにより、ハニカム構造を有する生の炭化珪素成形体M1を得た。

【0054】次に、通常の空気中（即ち酸素雰囲気下）において、炭化珪素成形体M1を乾燥させることにより、炭化珪素成形体M1中の水分を蒸発させた。ここでは具体的には、まずマイクロ波乾燥機を用いて100℃で3分の乾燥を行った後、熱風乾燥機を用いて110℃で20分の乾燥を行った。さらに、乾燥された炭化珪素成形体M1を切断した後、炭化珪素成形体M1の貫通孔12を炭化珪素からなる封止用ペーストによって封止した。

【0055】続いて、端面封止工程を経た炭化珪素成形体M1を連続脱脂炉21に投入して脱脂を行った。このとき、脱脂時における温度（均熱ゾーンZ2での温度）を450℃±10℃に設定し、当該温度域でのキープ時間を約70分に設定した。また、昇温速度及びその所要時間を9.5℃/分、約50分に設定し、降温速度及びその所要時間を10.5℃/分、約29分に設定した。また、炭化珪素成形体M1の搬送速度を55mm/分に設定するとともに、流速を1068mm/秒に設定した。また、マッフル23における加熱ゾーンのワーク投入時の断面積を0.09m<sup>2</sup>に設定し、ワーク非投入時の断面積を0.049m<sup>2</sup>に設定した。そして、混合気の配合比を適宜変更することにより、マッフル23内の酸素濃度を2%に設定した。

【0056】以上のような条件にて脱脂を行った後、連続脱脂炉21から炭化珪素成形体M1を取り出し、さらにそれを焼成炉内にセットした。この状態で、常圧のアルゴン雰囲気下において2200℃で約3時間の焼成を行った。その結果、実施例1のハニカムフィルタ1を得た。

（実施例2, 3, 4及び比較例1, 2の作製）混合気の配合比を適宜変更することにより、マッフル23内の酸素濃度を5%、10%、15%にそれぞれ設定して前記脱脂工程を行った後、前記同様の焼成工程を行った。その結果、実施例2, 3, 4のハニカムフィルタ1をそれぞれ得た。

【0057】また、酸素濃度を20.95%（即ち地球大気と同じ濃度）に設定して脱脂工程を行った後、焼成工程を行うことにより、比較例1のハニカムフィルタ1を得た。さらに、酸素濃度を0.1%に設定して脱脂工程を行った後、焼成工程を行うことにより、比較例2のハニカムフィルタ1を得た。

（評価試験の方法及び結果）脱脂時において連続脱脂炉21内の様子を調査したところ、各実施例及び比較例2の脱脂条件では引火は発生しなかったのに対し、酸素濃度の高い比較例1の脱脂条件では引火が発生する場合があり、最終的に品質の低下を招くおそれが高いことが示唆される結果となった。

【0058】また、脱脂工程後に各炭化珪素成形体M1の肉眼による外観検査を行った。その結果、各実施例及び比較例1については、いずれもタールT1の付着は認められず、クラックの発生も認められなかった。一方、比較例2については、タールT1の付着が若干認められ、脱脂後にそれを除去する作業を行う必要があった。

	酸素濃度	不活性気体	引火の発生	タールの付着	残炭率	破壊強度
実施例1	2%	窒素	無	無	1.34%	44.2 Mpa
実施例2	5%	窒素	無	無	0.28%	50.8 Mpa
実施例3	10%	窒素	無	無	0.08%	56.3 Mpa
実施例4	15%	窒素	無	無	0.05%	53.4 Mpa
比較例1	20.95%	窒素	有	無	0.02%	51.1 Mpa
比較例2	0.1%	窒素	無	有	1.64%	31.2 Mpa

従って、本実施形態の前記実施例によれば以下のような効果を得ることができる。

【0061】(1) 前記各実施例では、成形、乾燥、脱脂及び焼成を順に行って多孔質炭化珪素焼結体を製造するにあたり、炭化珪素成形体M1を酸素濃度が1%～20%の雰囲気下にて有機バインダが分解しうる温度に加熱している。従って、脱脂時における生産性の低下や引火を伴うことなく、品質及び強度に優れた脱脂品、ひいては品質及び強度に優れた焼成品を得ることができる。

【0062】なお、この場合に得られる焼成品は、残炭率が0.2%以下かつ破壊強度が40MPa以上であって端部開口が交互に封止されたハニカムフィルタ1である。従って、圧力損失が小さくて汜過能力が高いばかりでなく、高温での使用に適し、しかも熱応力による破壊が起こりにくい、という極めて好適な諸性能を備えたハニカムフィルタ1を得ることができる。

【0063】(2) 前記各実施例では、連続脱脂炉21を用いて脱脂を行っている。このため、バッチ式の炉で脱脂を行う場合に比べ、そもそも生産性に優れている。

(3) 前記各実施例では、雰囲気における不活性気体として主に窒素が用いられている。このため、他の不活性気体を用いる場合に比べて、酸素濃度のコントロールが容易になる。ゆえに、例えば急激な酸素濃度の変動等に起因する引火の発生を確実に防ぐことができる。また、強度低下の原因となるような化合物が生成されにくくなる。以上のことから、ハニカムフィルタ1の高品質化及び高強度化を確実に達成することができる。

【0064】(4) 前記各実施例では、炭化珪素成形体M1を200℃～600℃に加熱している。従って、生産性やコスト性の低下を伴うことなくバインダを確実に分解・除去することができ、最終的にハニカムフィルタ1の高強度化を確実に達成することができる。

【0065】なお、本発明の実施形態は以下のように変更してもよい。

・ 治具G1を用いることなく炭化珪素成形体M1をそのままコンベアベルト31上に載置して脱脂を行ってもよい。

【0066】・ 脱脂時における不活性気体として窒素以

【0059】さらに、焼成後において従来公知の手法により残炭率(%)及び破壊強度(MPa)を測定したところ、下記の表1に示すおりの値となった。

【0060】

【表1】

外のもの、例えばアルゴン等を用いることもできる。

・ エジェクタ48のヒータ49は不要であれば省略されてもよい。

【0067】・ 連続脱脂炉21内においてマッフル23は複数個並列に配置されていてもよい。

・ 気体排出手段46はエジェクタ48を用いないものであってもよい。即ち、気体排出手段46は気体を強制的に排出するものでなくてもよい。

【0068】・ 実施形態においては、本発明の多孔質炭化珪素焼結体の製造方法を、ディーゼルエンジンに取り付けられる排気ガス浄化装置用のハニカムフィルタ1の製造方法として具体化していた。

【0069】勿論、本発明の多孔質炭化珪素焼結体の製造方法は、ハニカム状でないセラミックフィルタの製造方法として具体化されたり、フィルタ以外のもの(例えば熱交換器用部材等)の製造方法として具体化されることも可能である。

【0070】次に、特許請求の範囲に記載された技術的思想のほか、前述した実施形態によって把握される技術的思想をその効果とともに以下に列挙する。

(1) 請求項1乃至5のいずれか1つにおいて、前記炭化珪素成形体は、連続脱脂炉内において搬送されながら連続的に加熱されること。従って、この技術的思想1に記載の発明によれば、生産性に優れたものとすることができる。

【0071】(2) 技術的思想1において、前記雰囲気構成する低酸素濃度の気体は、前記連続脱脂炉の備える気体導入手段によって炉内に導入されるとともに、前記連続脱脂炉の備える気体排出手段によって炉外に強制的に排出されること。従って、この技術的思想2に記載の発明によれば、流速値を比較的容易に大きく設定することができる。

【0072】(3) 技術的思想1または2において、前記昇温速度は5℃/分～10℃/分であり、降温速度は8℃/分～13℃/分であること。

(4) 技術的思想1乃至3のいずれか1つにおいて、前記炭化珪素成形体の搬送速度は45mm/分～60mm/分であること。



## 【0073】

【発明の効果】以上詳述したように、請求項1～5に記載の発明によれば、生産性の低下や引火といった不具合を伴うことなく、最終的に品質及び強度に優れた多孔質炭化珪素焼結体を得ることができる炭化珪素成形体の脱脂方法を提供することができる。

【0074】請求項3に記載の発明によれば、多孔質炭化珪素焼結体の高品質化及び高強度化を確実に達成することができる。請求項4に記載の発明によれば、生産性やコスト性の低下を伴うことなく、多孔質炭化珪素焼結体の高強度化を確実に達成することができる。

【0075】請求項6、7に記載の発明によれば、脱脂時における生産性の低下や引火といった不具合を伴うことなく、品質及び強度に優れた多孔質炭化珪素焼結体を製造する方法を提供することができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】(a)は本発明を具体化した一実施形態の連続脱脂炉の全体正面図、(b)はその連続脱脂炉を概略的に示した図。

【図2】図1(a)のB-B線における概略断面図。

【図3】図1(a)のA-A線における概略断面図。

【図4】(a)はマッフルの断面図、(b)はマッフルにおける排気位置を説明するための概略図。

【図5】(a)、(b)は、気体排出手段のノズル部の断面図。

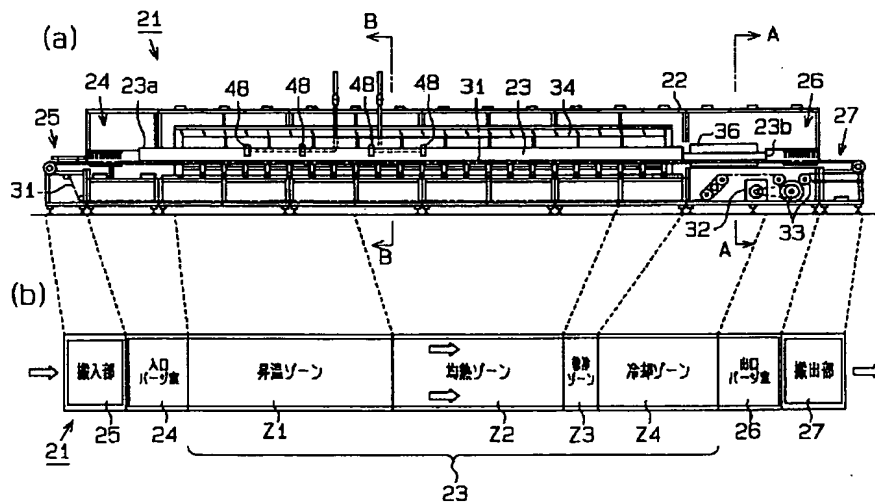
【図6】ハニカムフィルタの斜視図。

【図7】ハニカムフィルタの一部破断断面図。

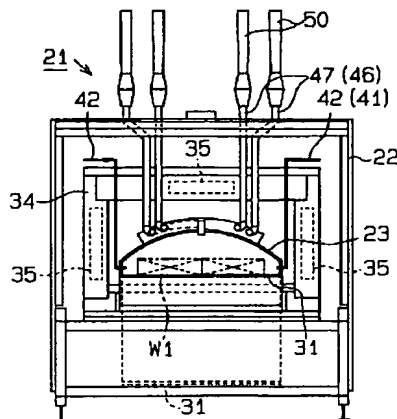
## 【符号の説明】

1…多孔質炭化珪素焼結体としてのハニカムフィルタ、  
M1…炭化珪素成形体。

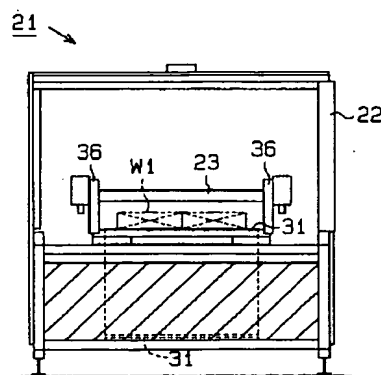
【図1】



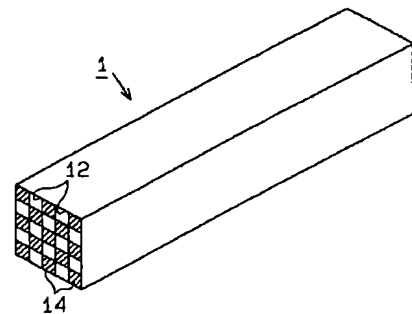
【図2】



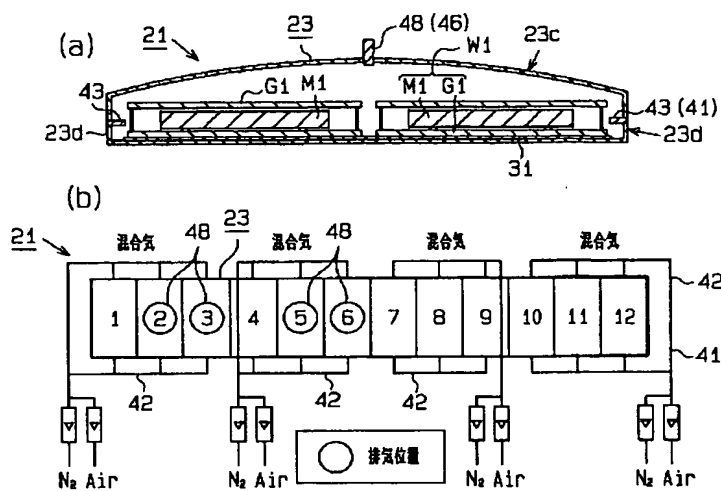
【図3】



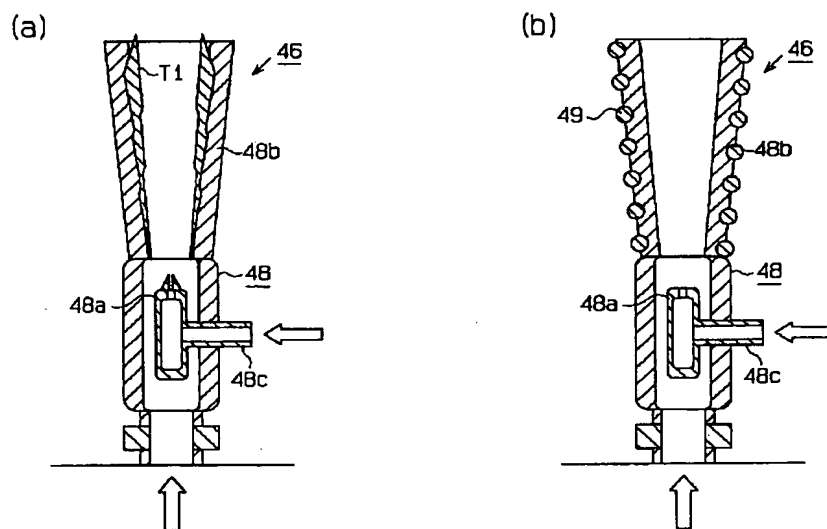
【図6】



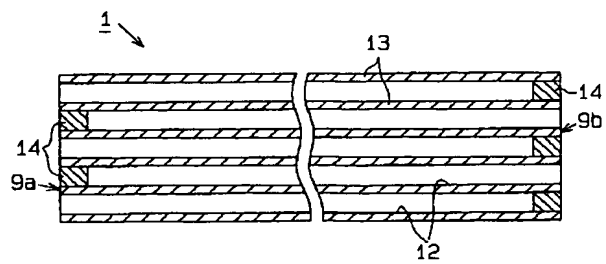
【図4】



【図5】



【図7】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4D019 AA01 BA05 BB06 BD01 CA01  
CB06  
4G001 BA22 BA73 BB22 BC34 BC54  
BD36